# Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP05/004520

International filing date: 15 March 2005 (15.03.2005)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP

Number: 2004-086230

Filing date: 24 March 2004 (24.03.2004)

Date of receipt at the International Bureau: 28 April 2005 (28.04.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in

compliance with Rule 17.1(a) or (b)



# 日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日

Date of Application: 2004年 3月24日

出 願 番 号

Application Number: 特願 2 0 0 4 - 0 8 6 2 3 0

バリ条約による外国への出願 に用いる優先権の主張の基礎 となる出願の国コードと出願 番号

The country code and number of your priority application, to be used for filing abroad under the Paris Convention, is JP2004-086230

出 願 人

松下電器産業株式会社

Applicant(s):

2005年 4月13日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office





【書類名】 特許願 【整理番号】 2032460059 【提出日】 平成16年 3月24日 【あて先】 特許庁長官殿 【国際特許分類】 G 0 2 F 1/37 【発明者】 【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内 【氏名】 森川 顕洋 【発明者】 【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内 【氏名】 杉田 知也 【発明者】 【住所又は居所】 大阪府門真市大字門真1006番地 松下電器産業株式会社内 【氏名】 水内 公典 【特許出願人】 【識別番号】 000005821 【氏名又は名称】 松下電器産業株式会社 【代理人】 【識別番号】 100097445 【弁理士】 【氏名又は名称】 岩橋 文雄 【選任した代理人】 【識別番号】 100103355 【弁理士】 【氏名又は名称】 坂口 智康 【選任した代理人】 【識別番号】 100109667 【弁理士】 【氏名又は名称】 浩 樹 内藤 【手数料の表示】 【予納台帳番号】 0 1 1 3 0 5 【納付金額】 21,000円 【提出物件の目録】 【物件名】 特許請求の範囲 【物件名】 明細書 【物件名】 図面 1 【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9809938

【書類名】特許請求の範囲

# 【請求項1】

単一分極化された強誘電体基板と、

前記強誘電体基板に形成された複数の分極反転領域と、

前記分極反転領域の間の前記強誘電体基板の表面に形成された溝と、を有し、

前記分極反転領域の半分以上の領域の深さT´が基板厚みTに対し、T´<Tの関係を満たすことを特徴とする光学素子。

### 【請求項2】

T ′ < Tの関係を満足する分極反転領域が分極反転領域全体の90%以上であることを特徴とする請求項1記載の光学素子。

# 【請求項3】

前記分極反転領域の間隔が5μm以下であることを特徴とする請求項1記載の光学素子。

### 【請求項4】

前記分極反転領域の幅が5μm以下であることを特徴とする請求項1記載の光学素子。

# 【請求項5】

前記強誘電体基板の厚みが 0.5 mm以上であることを特徴とする請求項 1 記載の光学素子。

### 【請求項6】

前記強誘電体基板は単一分極の結晶であり、

前記分極反転領域は前記強誘電体基板の表面内部に先端部を有し、

前記先端部の方向が前記結晶のY軸方向であることを特徴とする請求項1記載の光学素子。

# 【請求項7】

前記溝は、前記強誘電体基板の表面から 0 . 5 μ m 以上の深さで形成されていることを特徴とする請求項 1 記載の光学素子。

# 【請求項8】

前記分極反転領域は、周期状の分極反転構造であることを特徴とする請求項1~7のいずれか一項に記載の光学素子。

### 【請求項9】

前記強誘電体基板の法線が前記強誘電体基板の自発分極と略平行であり、前記分極反転領域は周期状に形成され、

前記分極反転領域の周期方向と前記結晶のY軸が直交することを特徴とする請求項8記載の光学素子。

### 【請求項10】

前記強誘電体基板の法線と前記強誘電体基板の自発分極のなす角度が30°以下であることを特徴とする請求項9記載の光学素子。

### 【請求項11】

前記強誘電体基板の法線が前記強誘電体基板の自発分極と略平行である基板において、前記強誘電体基板の厚みTがT≧ 0.5 mmであり、前記分極反転領域の周期ΛがΛ≦ 2 μmであることを特徴とする請求項 8 記載の光学素子。

# 【請求項12】

前記強誘電体基板がMgドープの $LiTa_{(1-x)}Nb_xO_3$ ( $0 \le x \le 1$ )であることを特徴とする請求項 $1 \sim 11$ のいずれか一項に記載の光学素子。

### 【請求項13】

単一分極化された強誘電体結晶基板の内部に分極反転領域を形成する方法において、

前記強誘電体基板の表面に溝を設け、前記強誘電体基板の表面を複数の領域に分割する 工程と、

前記複数の領域に電界を印加する工程と、を備え、

前記電界の方向は、前記強誘電体基板の自発分極の方向であり、

前記電界を印加する工程において、少なくとも何れかの前記領域に異なる電位差が生じ

ることを特徴とする分極反転領域の形成方法。

# 【請求項14】

前記複数の領域が周期状に形成され、

前記電界を印加する工程において、一定の周期を持って隣接する領域の互いに異なる電位差が生じることを特徴とする請求項13記載の分極反転の形成方法。

# 【請求項15】

前記領域の何れかに異なる電界を印加することを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項16】

前記領域の何れかに時間的に変化する電界を印加することを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項17】

前記電界の変化が1kV/秒以上であることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項18】

前記溝の幅が5μm以下であることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項19】

前記領域の幅が5μm以下であることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項20】

前記基板厚みが 0.5 mm以上であることを特徴とする請求項 13記載の分極反転領域の 形成方法。

# 【請求項21】

前記電界を印加する工程において、正電界と負電界を交互に印加することを特徴とすることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項22】

前記電界のバルス波形は、10msec以下のバルス幅であることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項23】

前記溝は、前記強誘電体基板の表面から 0.5 μm以上の深さで形成されていることを特徴とする請求項 13記載の分極反転領域の形成方法。

### 【請求項24】

前記分極反転領域は、一定の周期をもって互いに交差した分極反転領域であることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項25】

前記分極反転領域は、2周期以上の周期毎に交差していることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項26】

前記強誘電体基板がMgドープの $LiTa_{(1-x)}Nb_xO_3$  (0  $\leq$  x  $\leq$  1) であることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

### 【請求項27】

前記強誘電体基板がXーカット、Yーカット、またはZーカットからなる基板であることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項28】

前記強誘電体基板の法線が前記強誘電体基板の自発分極と略平行であり、前記分極反転領域が周期状に形成され、

前記分極反転領域の周期方向と前記強誘電体基板のY軸が直交することを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項29】

前記強誘電体基板の厚みTがT $\geq 0$ .5 mmであり、前記分極反転領域の周期 $\Lambda$ が $\Lambda \leq 2$   $\mu$  mであることを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【請求項30】

前記電界印加の工程は、自発分極をPs、分極反転面積をAとした場合、2PsAの100倍以上の電荷量を印加することを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法

# 【請求項31】

前記電界印加の工程は、80℃以上の絶縁溶液中で行うことを特徴とする請求項13記載の分極反転領域の形成方法。

# 【書類名】明細書

【発明の名称】光学素子ならびに分極反転領域の形成方法

# 【技術分野】

# $[0\ 0\ 0\ 1\ ]$

本発明は、分極反転領域を有していて、光情報処理や光応用計測制御分野に使用されるコヒーレント光源を応用した光波長変換素子、偏光素子、光スイッチ、位相変調器、等に応用される分極反転領域を有する光学素子、ならびに分極反転領域の形成方法に関するものである。

# 【背景技術】

# [0002]

強誘電体の分極を強制的に反転させる分極反転現象を利用すると、強誘電体の内部に周期的な分極反転領域(分極反転構造)を形成することができる。このようにして形成された分極反転領域は、表面弾性波を利用した光周波数変調器や、非線形分極の分極反転を利用した光波長変換素子、プリズム形状やレンズ形状の反転構造を利用した光偏光器などに利用される。特に、非線形光学物質の非線形分極を周期的に反転することが可能になれば、非常に変換効率の高い光波長変換素子を作製することができる。これを用いて半導体レーザなどの光を変換すれば、印刷、光情報処理、光応用計測制御分野などに応用できる小型の短波長光源を実現することができる。

# [0003]

周期状の分極反転領域を形成する従来の方法としては、Ti熱拡散による方法、SiO2を装荷した後に熱処理する方法、プロトン交換処理と熱処理とを行う方法等が報告されている。一方、強誘電体の自発分極が電界により反転することを利用して周期状の分極反転領域を形成する方法も報告されている。この電界を利用する方法としては、例えば、C軸に沿って切り出された基板の一C面に電子ビームを照射する方法や、+C面に正イオンを照射する方法がある。いずれの場合でも、照射された荷電粒子により形成される電界により、数  $100\mu$  mの深い分極反転領域が形成される。

# $[0\ 0\ 0\ 4\ ]$

他の従来の分極反転領域の製造方法としては、例えば特許文献1(特開平3-121428号公報)、特許文献2(特開平4-19719号公報)に示されるように、LiNb03基板に櫛形電極を形成して、これにバルス状の電界を印加する方法が報告されている。LiNb03基板の+C面に周期状の櫛形電極を形成し、-C面に平面電極を形成する。次に、+C面を接地し、-C面にバルス電源によってバルス幅が典型的には100μsのバルス電圧を印加して、基板にバルス電界を印加する。分極を反転させるために必要な電界は、約20kV/mm以上である。そのような値の電界を印加する際に、基板が厚いと電界印加によって基板が破壊される可能性がある。しかし、基板の厚みを200μm程度にすることで、電界印加による結晶破壊を回避することが可能になり、室温での分極反転領域の形成が可能になる。基板を貫通する深い分極反転構造が得られている。

### [0005]

また、Z板のMgドープLiNbO3基板(以下MgLNとする)に櫛形電極を形成し、これに電圧を印加することで周期状の分極反転構造の形成が可能なことが、特許文献3(特開2001-66652号公報)に開示されている。

### [0006]

さらに、光波長変換素子の高効率化を実現するには、周期が3~4μmである短周期の分極反転構造が必要になる。電界印加によって分極反転領域を形成すると、電極直下の分極が反転した後に、基板の表面に平行な方向に分極反転領域が広がる。このため、分極反転構造の短周期化が困難になる。この問題を解決するために、従来の方法では、パルス幅が100μs程度である短時間パルス電圧を電極に印加することによって電圧印加時間を短縮して、短周期の分極反転構造を形成している。

# $[0\ 0\ 0\ 7\ ]$

他の短周期の分極反転領域の形成方法としては、特許文献4(特開2000-1475

84号公報)では、Z板の $LiTaO_3$ 基板の表面に溝を形成し、分極反転の幅方向の拡大を抑制することで周期3.8  $\mu$  mの分極反転領域形成を実現している。

[0008]

さらに、短周期分極反転領域の形成方法として、特許文献5 (特開2003-307758号公報)では、誘電体材料内に分極反転微小構造を形成するために、複数の領域に分割して別々に分極反転領域を形成することで例えば周期4μmの短周期分極反転形成が実現できることを開示している。

[0009]

また、MgLNに短周期の分極反転構造を形成する方法も提案されている。例えば特許文献6(特開平6-242478号公報)は、Z板のMgLNに周期状分極反転構造を形成する方法が示されている。MgLNの+Z面に櫛形電極を形成し、裏面からコロナを照射することで周期状の分極反転構造を形成している。周期は4μmで基板厚み0.5mmに貫通する分極反転構造が形成されている。

 $[0\ 0\ 1\ 0\ ]$ 

特許文献 7 (特開平 7 - 2 8 1 2 2 4 号公報)では、 Z 板の M g L N の - Z 面と電極の間に S i O 2 膜を挟み込むことにより、基板の破壊を防ぎ、周期 5  $\mu$  m で基板厚み 0 . 3 m m を貫通する分極反転構造が形成されている。

 $[0\ 0\ 1\ 1\ ]$ 

また、オフカットのMgLNに分極反転構造を形成する方法も提案されている。特許文献8(特開平9-218431号公報)に示されているように、オフカットの基板に電極を形成し、これに電圧を印加することで針状の分極反転構造を形成できる。分極反転構造は結晶の分極方向に成長する。オフカットMgLN基板に周期 $5\mu$ m程度の分極反転構造が形成できる。分極方向を基板表面からわずかに傾けたオフカット基板を用い、基板の内部に針状の分極反転形状を形成している。

【特許文献1】特開平3-121428号公報

【特許文献2】特開平4-19719号公報

【特許文献3】特開2001-66652号公報

【特許文献4】特開2000-147584号公報

【特許文献5】特開2003-307758号公報

【特許文献6】特開平6-242478号公報

【特許文献7】特開平7-281224号公報

【特許文献8】特開平9-218431号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

 $[0\ 0\ 1\ 2]$ 

Z板のMgドープLiTa(1-x)NbxO3(0≤x≤1)基板における微細かつ安定な分極反転領域の形成が難しいという課題があった。従来の分極反転領域の形成方法として、オフカット基板における分極反転の形成は電界印加により形成可能であった。しかしながら、Z板基板においてはコロナボーリング等の複雑な印加方法でしか均一な微細反転構造の形成が難しかった。コロナボーリングは荷電粒子を基板に堆積させて電界を発生し、これによって分極を反転させる方法であるが、荷電粒子による電界の大きさに限界があるため、分極反転が形成できる基板の厚みが  $0.5\,mm$ 程度に限られており、 $1\,mm$ を越えるような厚い基板への分極反転形成が困難であった。また、電極によって電圧を印加する方法は、オフカット基板への反転形成には有効であるが、Z板への分極反転の形成が難しいという課題があった。

 $[0\ 0\ 1\ 3]$ 

また、特許文献3(特開平2001-66652号公報)において、櫛形電極をZ板のMgLNに形成し、これに電圧を印加することで周期状の分極反転構造が形成できることが開示されている。本方法では、周期状の分極反転構造が均一に形成できるという特長をもっている。しかしながら、形成される分極反転は、電極先端の一部に限られており、電

極下の広い範囲で分極反転構造を形成するのが難しいという問題があった。

# $[0\ 0\ 1\ 4\ ]$

本発明の目的は、Mgをドープした結晶において、短周期分極反転構造を利用した高効率かつ安定な光波長変換素子等の光学素子を提供すること、および厚い基板で短周期の分極反転構造を均一、安定かつ広範囲に渡り、形成する有効な手段を提案し、短周期分極反転構造を備えた光学素子を作製することである。

# 【課題を解決するための手段】

# $[0\ 0\ 1\ 5\ ]$

本発明に関わる光学素子は、単一分極化された強誘電体基板と、強誘電体基板に形成された複数の分極反転領域と、分極反転領域の間の強誘電体基板の表面に形成された溝を有し、分極反転領域のほぼ全体の深さT´が基板厚みTに対し、T´<Tの関係を満たすことを特徴とし、これによって上記目的が達成される。

# $[0\ 0\ 1\ 6\ ]$

さらに、本発明に関わる分極反転領域の形成方法は、単一分極化された強誘電体結晶基板の内部に分極反転領域を形成する方法において、強誘電体基板の表面に溝を設け、強誘電体基板の表面を複数の領域に分割する工程と、複数の領域に電界を印加する工程を備え、電界の方向は、強誘電体基板の自発分極の方向であり、電界を印加する工程において、少なくとも何れかの領域に異なる電位差が生じることを特徴とする。

# 【発明の効果】

# $[0\ 0\ 1\ 7\ ]$

以上説明したように、本発明の光学素子は、強誘電体結晶基板の内部に分極反転領域を有し、分極反転領域の境界の強誘電体基板の表面に溝が形成され、分極反転領域の深さTが基板厚みTに対し、T´<Tの関係を満たす構成により、分極反転領域の安定な形成保持を実現し、高温昇温等の信頼性試験に耐える高い信頼性を有する分極反転領域を備えた光学素子を実現することができる、という効果を有する。

# [0018]

さらに、本発明の光学素子は、前述した構成により、均一かつ広範囲にわたる短周期の 分極反転領域を形成しやすい、という効果も同時に有する。

# $[0\ 0\ 1\ 9]$

また、本発明の分極反転領域の形成方法は、単一分極化された強誘電体結晶基板の内部に分極反転領域を形成する方法において、強誘電体基板の表面に溝を設け、強誘電体基板の表面を複数の領域に分割する工程と、複数の領域に電界を印加する工程を備え、電界の方向は、強誘電体基板の自発分極の方向であり、電界を印加する工程において、少なくとも何れかの領域に異なる電位差が生じることで、微細な分極反転領域の形成が可能となった。この方法を用いることで、紫外光発生用の光波長変換素子等の光学素子の製造が可能となる。

# [0020]

設計した電極の下に、電極に沿ってできるだけ広い範囲で均一な分極反転領域を形成するには、印加電圧のバルス波形の制御が必要である。立ち上がり、立下りの速い電圧波形を印加することでその過渡的な効果を利用し、微細かつ広範囲にわたる短周期分極反転領域を均一に形成することができる。先端部を有する電極を用いて乙板の基板に分極反転を形成すると、電極先端部に電圧が集中するため、この部分の分極反転は効率良く形成されるが、分極反転部分が電極全体に広がりにくい傾向にある。そこで、電圧波形、および電極構成を工夫することで、電極のできるだけ広い領域に分極反転部が広がる方法を見出した。これにより、均一かつ広範囲な短周期構造を含む微細な分極反転領域の形成には本発明の作製方法が非常に有効である。

### 【発明を実施するための最良の形態】

### $[0\ 0\ 2\ 1]$

本発明の実施の形態を説明する前に、まず、強誘電体の分極反転について説明する。

# [0022]

強誘電体は、自発分極による電荷の偏りを結晶内に有している。自発分極に対向する電 界を印加することにより、強誘電体における自発分極の方向を変えることができる。

# [0023]

自発分極の方向は、結晶(材料)の種類により異なる。 Li TaO3、Li NbO3等、またはその混晶であるLi Ta(1-x) NbxO3(0  $\le$  x  $\le$  1)基板の結晶は C 軸方向のみに自発分極を有するため、これらの結晶では、分極は C 軸に沿った十方向あるいはその逆向きの一方向の 2 通りしか存在しない。 電界を印加することで、これらの結晶の分極は 1 80度回転して、それまでとは逆の方向を向くようになる。この現象を、分極反転という。 分極の反転を生じさせるために必要な電界を反転電界と称し、Li NbO3、Li TaO3等の結晶では、室温で約 2 0 k V / mm程度、MgO:Li NbO3で約 5 k V / mmの値をとる。

# [0024]

強誘電体において、単一の分極方向を持った結晶にすることを「分極の単分域化」と称する。この分極の単分域化を達成するために、結晶成長後に高温中で電界を印加する方法が一般に行われている。

# [0025]

(実施の形態1)

本実施の形態では、周期分極反転構造を強誘電体結晶内部に有した光学素子として、波長変換素子について述べる。図1は本発明の光学素子の断面図である。乙板のMgLN基板100に、周期状の分極反転部101が形成されている。基板の厚みは1mm、分極反転の深さは約0.5mm程度である。分極反転は基板結晶のY軸に沿って形成されている。分極反転部101は基板の十乙面から一乙面側に向かって形成されている。分極反転部101は、基板の厚みより短くなるように形成されている。また、周期状の分極反転部101の付近には、MgLNの十乙面表面に深さ0.5μmの溝102が形成されている。ここでの分極反転周期、分極反転領域長は、それぞれ4μm、10mmである。

# [0026]

図2は、図1に示した光学素子の構成斜視図である。波長入の基本波を周期状の分極反転構造で波長変換して波長入/2の高調波に変換している。分極反転周期4μmを形成することで、波長900nmの光を波長450nmの光に波長変換している。

# $[0\ 0\ 2\ 7]$

分極反転領域長 $10\,\mathrm{mm}$ の部分に、レンズで $900\,\mathrm{nm}$ の光を入射したところ、変換効率  $5\%/\mathrm{W}$ で波長変換され  $450\,\mathrm{nm}$ の高調波が得られた。均一な分極反転領域を形成することで高効率の波長変換が可能となった。基板厚みが $1\,\mathrm{mm}$ 以上あることで、基本波、高調波のビームウエストを大きくとれる。このため光のパワー密度を低減でき、高出力な出力特性が実現できた。 $0.5\,\mathrm{mm}$ の基板に形成した場合に比べ $1\,\mathrm{mm}$ 厚の基板を利用することで出力を  $4\,\mathrm{em}$  倍に高めることが可能となった。

### [0028]

分極反転をY軸方向に形成することで、均一で短周期の分極反転構造を形成することが可能となった。周期  $2~\mu$  m以下の分極反転構造の形成が可能となり波長 4~0~0~n m以下の紫外光発生が可能となった。分極反転をX軸方向に形成した場合、短周期の分極反転構造の形成が困難になるため、波長 5~0~0~n m以上の光しか得られなかった。Y軸方向にすることで、短波長光の発生が可能となった。

# [0029]

分極反転の深さを基板の厚みより浅く形成し、表面から裏面に貫通する分極反転領域の割合を全体の分極反転領域の90%以下に抑えることで、均一な分極反転構造の形成が可能となった。貫通する分極反転領域の割合が5%以下になるとさらに均一性が向上した。分極反転領域の深さ方向の長さを制限することにより、分極反転周期3μm以下、波長400nm以下の紫外光発生が可能となった。

# [0030]

ところで、周期状の分極反転構造を形成した場合、分極反転領域の境界では異なる自発

分極が隣接し結晶的に歪みの大きな分極壁を形成する。このため、分極反転構造が微細化 するに伴い、結晶内の歪みが大きくなる。分極壁における歪みは分極反転領域の不安定性 の原因となる。前述したように貫通しない分極反転領域を利用すると均一な分極反転構造 の形成が可能であるが、その一方で貫通しない分極反転領域の安定性は、貫通した分極反 転領域に比べて大幅に特性が劣ることが明らかになった。例えば、形成された分極反転領 域に400nm以下の紫外光を照射した場合や、急激な温度変化を与えた場合、また外部 電界を与えた場合に分極反転領域が一部消滅する現象が観測された。このため、ヒートシ ョックや高出力の紫外光発生において、特性が劣化する現象がみられた。このような現象 は特に微細な分極反転形状において顕著であり、分極反転領域または特に基板表面から発 生するため、これを防止する方法を種々検討した結果、分極反転領域間に溝を形成し、分 極反転部分と非分極反転部分に段差を設けることで安定性が大幅に向上することが明らか になった。溝の深さとしては本実施の形態のように 0.5μm以上が好ましかった。0. 2μm以下では、ほとんど効果がなかった。溝は深いほど効果が高いが、0.5μm以上 の深さであれば、−40~80℃のヒートサイクル試験を100回行っても特性の変化は 観測されなかった。このため、0.5µm以上の溝を分極反転領域間の基板表面に設ける ことは分極反転構造の信頼性向上に有効である。

# $[0\ 0\ 3\ 1]$

微細な分極反転領域を形成した場合に分極壁に歪みが残る。この歪みにより分極壁に屈折率分布が形成される。周期状に分極反転領域を形成すると、分極壁に屈折率分布が生じるため、周期的な屈折率分布が形成される。例えば、分極反転構造を光学素子に利用する場合、周期的な屈折率変化は、分極反転構造を伝搬する光の波面を乱し、かつ散乱損失を増大させる原因となる。これに対して、本実施の形態のように分極反転領域間に溝を設けることで分極壁の屈折率分布が低減されることを見出した。溝の深さとしては1μm以上にすることで光学損失の小さな光学素子の形成が可能となった。

# [0032]

また、本発明の光学素子では、溝を形成することにより分極反転の周期方向の過剰な成長を抑制することが可能となった。従来、分極反転の深さ方向(乙軸方向)、および周期と直交する方向(Y軸方向)に長い分極反転を形成させる場合、分極反転の周期方向(X軸方向)の広がりが過剰になり、広範囲での分極反転領域の形成が困難であった。溝を形成することで周期方向の分極反転の過剰成長を抑制し、短周期(特に周期2μm以下)でも広範囲でかつ均一な周期状の分極反転領域を形成することができた。このため、本発明の光学素子は、分極反転領域、特に周期2μm以下の分極反転領域を均一かつ広範囲に作製しやすいという効果を有しており、作製の観点においても実用的である。

### [0033]

なお、分極反転構造を利用した光学素子として光波長変換素子を例にあげて説明したが、分極反転構造は、プリズム形状やグレーティング形状に形成することで、偏光器が構成できる。その位相シフト、光変調器、レンズ、等に応用できる。分極反転領域に電圧を印加することで電気光学効果を利用した屈折率変化を形成できるため、これを利用した光学素子が実現できる。電界により屈折率変化を制御できるため、スイッチ、偏光器、変調器、位相シフタ、ビーム整形等に応用できる。本発明の方法は微細な分極反転形状の形成を可能とするため、これらの光学素子の高性能化を可能にする。

### $[0\ 0\ 3\ 4]$

なお、基板の厚みは0.5 mm以上が好ましい。基板が0.5 mm以上になると分極反転部の表面から裏面への貫通が防止できる。1 mm以上になるとさらに、分極反転の貫通が防止できるため均一な分極反転領域の形成が可能である。一方、厚い基板においては分極反転領域が貫通しないため、分極反転領域の不安定性により信頼性が劣化する。これを防止するために分極反転領域間に溝を設けることが有効となる。

# [0035]

なお、以上の本実施の形態の説明では、強誘電体基板としてZ板のMgOドープLiNbO3基板を用いている。あるいは、その他に、MgOドープLiTaO3基板、Ndド

ープLiNb〇 $_3$  基板、KTP基板、KNb〇 $_3$  基板、NdとMgOとをドープしたLiNb〇 $_3$  基板、あるいはNdとMgOとをドープしたLiTa〇 $_3$  基板、ストイキオ組成の同様の基板などであってもよい。また、Z 板に限らず、X 板、Y 板であっても同様の効果が得られる。

# [0036]

このうち、N d をドープした結晶からなる基板はレーザ発振が可能であるので、レーザ発振による基本波の発生とその波長変換による第 2 高調波の発生とが同時に行える。そのため、高効率で安定した動作特性を有する短波長光源が構成できた。

# $[0\ 0\ 3\ 7]$

(実施の形態2)

本実施の形態では、1mm厚のZ板MgLNを用いた分極反転領域を形成する方法について説明する。本実施の形態では、Z軸に垂直な主面を有するMgLN基板の+Z面に独立した二つの交差した電極を形成し、それぞれの電極に電圧を印加することで広範囲の分極反転領域を形成する方法について説明する。

# [0038]

本実施の形態の分極反転領域の形成方法について説明する。本実施の形態では周期4μ mの分極反転領域を形成する方法について述べる。まず、図3に示すような、MgO:L i N b O 3 基板 3 0 1 の主面 3 0 2 に先端部 3 0 5 を有する第一の電極 3 0 3 (周期 8 μ mの櫛形電極)と、主面302の同一平面内の第一の電極303の周期電極に対し、一本 ずつ交差するように、周期電極(周期8μm)を有する第二の電極304を形成する。第 一の電極303の先端部305、および第二の電極304の先端部306は結晶のY軸方 向を向いている。第一の電極303と第二の電極304は電気的に絶縁されている。形成 方法について、図4を用いて説明する。これらの電極は、例えば厚さ100nmのTa膜 400で形成する。第一の電極303と第二の電極304の周期電極形成は、Ta膜上に レジストを堆積し、レジストをバターニングすることでCF4ガス雰囲気中の反応性イオ ンエッチングによりおこなう(図4 (a))。次に、CHF3ガス雰囲気中の反応性イオ ンエッチングにより、電極で覆われていないMgLN基板401の表面をエッチングする (図4(b))。その後、レジストを除去することでMgLN基板401の表面に溝40 2 が形成される。ここでのエッチングによる溝深さは 0 . 1 μ m である。さらに、溝 4 0 2 が形成された表面にSiO2膜403を絶縁膜として形成する(図4(c))。 Ta膜 400で形成された電極間にパルスジェネレータ404で制御した電圧を印加することで 、電極間に分極反転部405が形成される。所定の電圧レベルを有し、必要に応じてバル ス電圧または直流電圧を、MgLN基板301に印加することができる。

### [0039]

電圧印加時の放電発生を避けるために、MgLN基板301を絶縁液または真空中(10<sup>-6</sup> Torr以下)に配置して、電圧を印加する。

### [0040]

電圧の印加方法について説明する。まず、第二の電極304と第三の電極307の間にバルス電圧を印加する。次に、第一の電極303と他の電極307の間に同様にして、バルス電圧を印加する。これにより、第一の電極303、および第二の電極304の先端部305、306の下に分極反転核が生じ、それぞれ周期8 $\mu$ mの分極反転領域が形成される。先端部305、306の分極反転核がバルス電圧の印加を継続することでY軸方向およびZ軸方向に成長し、Y軸方向において、第一の電極303と第二の電極304の交差部分全体に分極反転領域が形成されることで広範囲の周期4 $\mu$ mの分極反転領域が形成される。

# $[0\ 0\ 4\ 1]$

次に、本発明の分極反転構造の形成方法の原理について説明する。

### $[0\ 0\ 4\ 2]$

本発明の分極反転構造の形成方法は、特に金属添加物を有する強誘電体結晶に対して有効である。使用したのはMgをドーピングしたLiNbO3(以下MgLNとする)であ

るが、金属を1mol%以上の高濃度に添加した結晶では、同様の効果が発生する場合が 多い。MgLNにおいて、電界印加による分極反転を行うと、形成された分極反転領域の 抵抗が3桁以上大幅に低下する現象が観測された。このため、Z板のMgLNの表面と裏 面に電極を形成し、電極間に電圧を印加することで、基板表面から裏面方向に分極反転反 転部を成長させる方法では、一部の分極反転が裏面近傍に到達した時点で、電極間に大き な電流が流れはじめ、電極間の電圧降下が生じ、分極反転を大面積に形成するのが難しく なる現象が見いだされた。つまり、同じ電位の場合、分極反転部が裏面方向に近づくと、 電極間の抵抗が大幅に低下することで、電極間の電圧降下が発生し、分極反転の成長が停 止する。これを防止するため、結晶表面の電極を複数の領域に分割し、表面電極間に電位 差を設ける方法を提案した。図5(a)に示すように電極1(電位Vl)と電極2(電位 V <sub>2</sub> )の間に電位差 V <sub>1</sub> − V <sub>2</sub> を設けると、電極 1 、 2 間に電界 A が発生する。電界 A の ベクトル成分Ezにより電極2下に自発分極に対向する電界が形成される。電極1、2間 は分極反転が成長する分極方向に直交しているため、分極反転による電極間の抵抗低下が 避けられ、効率的に電界印加が可能となる。この結果、広い領域に渡り、均一な分極反転 構造の形成が可能となる。基板表面に異なる電位を有する領域を形成することで、領域間 に電界が生じ、この電界ベクトルEzを自発分極に対向させることで分極反転形成が可能 となる。ところが、電極間隔L1が大きな図5(b)の状態では、上記方法により均一な 分極反転構造の形成が可能となるが、電極間隔L1が接近した場合、電極間の電界は図5 (c)の様になり、電界が電極間をほぼ水平に分布するため、電界ベクトルEzが十分大 きくとれない。E z を大きくするために、電極 l 、 2 間の電圧を増大させると、近接した 電極間が絶縁破壊するという問題が発生した。このため、電極間隔が5μm以下になると 表面電極間の電位差による分極反転が極端に難しくなるという問題が発生した。

# [0043]

### [0044]

電極の間に溝を形成することで、上述した効果に加え、さらに別の効果を得ることで微細な分極反転構造の形成が可能となる。電界印加により分極反転を形成する場合、分極反転は分極方向に成長するが、同時に分極に垂直な方向に成長する側面成長が発生する。これによって電極の幅方向に分極反転部が成長するため、微細な電極形状により分極反転を形成しても、分極反転領域が側面方向に成長してしまい横に広がった形状となる。側面広がりは数 $\mu$ mにも達し、 $1\mu$ m程度の微細な構造を形成するのを困難にしていた。これに対し、電極の側面部に溝を形成することで、分極反転の側面成長が抑圧出来ることが見出された。分極反転は電極直下に発生する分極反転核から成長が発生する。分極反転の側面成長は、電極周辺に発生する周辺の電界成分による分極反転核の発生が原因と考えられる。これに対して、電極の周辺部に溝を設けることで、電極周辺部での分極反転核発生を抑圧し、側面成長を抑えることが可能となった。この結果、分極反転領域  $5\mu$ m以下の微細な幅の形成が均一に行えるようになった。さらに分極反転領域  $1\mu$ m以下のサブミクロンオーダの分極反転幅も容易に形成できるようになった。

### [0045]

なお、本発明の分極反転領域の形成方法として、表面電極に、異なる電圧を印加したが

、電界の変化を利用して電極間に異なる電位差を発生することも可能である。例えば、図7において、電極2、3間に電界を印加すると電極構造としては、電極間に挟まれたコンデンサーとなるため、電極間に電荷が蓄積される過渡的な状態において、電極1は、浮遊電極となり電極1、2間に電界が発生する。この様な電界の変化を利用して電極1、2間の電界分布を発生させることができる。過渡的に発生する電界は電圧の変化量に依存するため、高速な電圧の変化により電極1、2間に大きな電界の発生が可能となる。電極構造にも依存するが、具体的には、電圧の変化量を100V/秒以上にすることで、分極反転の形成が可能となり、1kV/秒以上ではより均一な分極反転形成が可能となった。電極1、2に交互に電界を印加することで、両方の電極下に分極反転領域を成長させることも可能となる。

# [0046]

次に、印加する電圧波形について述べる。電極に印加する電圧波形としては、通常、自 発分極に対向する電界を発生する電圧が望まれる。例えば、図8(a)においては、+Z 板の分極方向Psに対向するように、電極2に対して、電極3に負電圧を印加する。+方 向の電界を印加すると、形成した分極反転が再反転する。特にLiNb〇3やLiTaO 3では、分極反転直後は内部電界の存在により分極反転領域の安定性が極端に低下するた め、逆方向電圧の印加は避けなければならない。これに対して、MgドープのLiNbO aは、従来の特性と異なることを見いだした。図8(b)に示すように印加する電圧とし て正、負電圧を交互に印加する電圧波形により分極反転が均一に形成出来ることを見いだ した。原因は明らかでないが、分極反転領域が低抵抗化して分極反転領域の成長が止まる のを逆方向の電圧を印加することで電気抵抗を高めて、さらに分極反転を成長させる役割 を果たす。また自発分極に対向する電界を一方的に印加すると基板表面がチャージアップ して放電が生じ、不均一な分極反転が形成されるが、正負の電界を印加することで表面チ ャージアップによる放電を防止し、均一な反転形成を可能にする。印加条件としては、正 負同電界または、自発分極に対向する電圧に対して、逆電圧は小さい方が好ましい。印加 電界は特にバルス幅τ≦10msecのバルス印加が好ましかった。複数のバルス列を印 加することで、均一な分極反転構造の形成が可能となる。

# $[0\ 0\ 4\ 7]$

なお、本発明の分極反転領域の形成方法は、金属電極による電界印加を示したが、電界印加の方法はこれに限られるものではない。分極反転に利用されている液体電極、ゾルゲル電極、コロナ放電等による電界印加法を用いても同様の効果が得られる。

# [0048]

なお、本発明の実施の形態においては、Z板の基板を用いたが、これに限られるものではない。自発分極の方向は、基板の法線と分極方向が平行なZ板以外に自発分極と法線が角度 $\theta$ を有するオフカット基板の利用も可能である。 $\theta$ としては $\pm 3.0$ °以下が均一で深い分極反転構造の形成が可能となって望ましかった。

# [0049]

なお、本実施の形態では、分極反転の周期方向と基板のY軸が直交するように分極反転を形成した。分極反転の周期方向とY軸が直交することで、均一で短周期の分極反転構造を形成することが可能となった。特に、周期2μm以下の分極反転構造の均一な形成が可能となった。分極反転の周期方向とX軸が直交する方向に形成した場合、短周期の分極反転構造の形成が困難であった。

### [0050]

なお、本実施の形態では、1mm厚の基板を用いたが、基板の厚みは0.5mm以上が好ましい。基板が0.5mm以上になると分極反転部の表面から裏面への貫通が防止でき、分極反転部の抵抗低下を抑制することができる。1mm以上になると、さらに、分極反転の貫通が防止できるため均一な分極反転領域の形成が可能である。

# $[0\ 0\ 5\ 1]$

なお、本実施の形態では電極に印加する電荷量についても検討をおこなった。第一の電極103、および第二の電極104の下における分極反転領域を拡大するためには、過剰

な電荷量を与えることが有効であった。自発分極Ps、分極反転面積Aとすると、適正電荷量CはC=2Ps×Aである。適正電荷量Cの100倍以上の電荷量を印加することで、乙軸方向(基板厚み方向)、Y軸方向(周期と直行する方向)の分極反転領域は拡大した。

# [0052]

なお、本実施の形態では、電界印加時の絶縁破壊防止のため、絶縁溶液中での電界印加をおこなっている。図9は絶縁溶液の温度と分極反転領域の長さLrの関係を示した図である。80℃付近から反転領域の増大が確認され、100℃以上の温度で反転領域の長さLrが飽和していることがわかる。MgLN基板の温度が上昇することで、反転電界が減少し、分極反転が成長しやすくなるためと考えられる。また、150℃以上では周期方向の分極反転成長が著しくなり、短周期(5μm以下)の均一な周期分極反転構造形成が困難となった。短周期分極反転の形成には絶縁溶液の温度は150℃以下が好ましい。

# [0053]

MgドープLiTa (1-x) Nb x O 3  $(0 \le x \le 1)$  基板は分極反転電界が、通常のLNの1/4以下である。通常のLN等では基板を厚くした場合に印加電圧による絶縁破壊が生じるが、分極反転電界が低い分、絶縁破壊を起こすことなく電圧の印加が可能となった。

### $[0\ 0\ 5\ 4]$

なお、本発明の分極反転の形成方法は乙板のMgLNについて説明した。乙板基板は結晶のC軸が基板に垂直な方向にあるため、電気光学効果を利用する電界印加が効率良く行える。また分極反転深さが深くなる等の有利な点を持っているため、バルク型の光学素子としては理想的な基板である。また、本発明の分極反転の形成方法は、X板、Y板の基板のMgLNにおいても適用できる。

# [0055]

(実施の形態3)

本実施の形態では、1mm厚のZ板MgLNを用いた分極反転領域を形成する方法、および形成された光学素子について説明する。本実施の形態では、Z軸に垂直な主面を有するMgLN基板の+Z面に独立した二つの交差した電極を形成し、それぞれの電極に電圧を印加することで分極反転領域を形成し、広範囲の分極反転領域を達成する方法について説明する。

### [0056]

本実施の形態の分極反転領域の形成方法について説明する。本実施の形態では周期2μmの分極反転領域を形成する方法について述べる。まず、図10に示すような、MgLN基板1001の主面1002に先端部1005を有する第一の電極1003(周期2μmの櫛形電極)と、主面1002の同一平面内の第一の電極1003の周期電極に対し、二本ずつ交差するように、周期電極(周期2μm)を有する第二の電極1004を形成する。電極パターンおよび溝の形成方法は、実施の形態2と同様の方法である。

### [0057]

エッチングによる溝深さはここでは $0.5\mu$ mである。第一の電極1003の先端部1005、および第二の電極1004の先端部1006は結晶のY軸方向を向いている。第一の電極1003と第二の電極1004は電気的に絶縁されている。さらに、他の面に第三の電極1007を形成する。第一の電極1003と他の面に形成された第三の電極107の間にバルスジェネレータ1008で制御した電圧を印加することで、電極間に分極反転領域が形成される。所定の電圧レベルを有し、必要に応じてバルス電圧または直流電圧を、MgLN基板1001に印加することができる。

### [0058]

電圧印加時の放電発生を避けるために、MgLN基板1001を絶縁液または真空中(10-6 Torr以下)に配置して、電圧を印加する。

# [0059]

電圧の印加方法について説明する。まず、第二の電極1004と第三の電極1007の

間にバルス電圧を印加する。次に、第一の電極 1003 と他の電極 1007 の間に同様にして、バルス電圧を印加する。これにより、第一の電極 1003、および第二の電極 1004 の先端部 1005、1006 の下に分極反転核が生じ、それぞれ周期  $8\mu$  m の分極反転領域が形成される。先端部 1005、1006 の分極反転核がバルス電圧の印加を継続することでY軸方向および Z軸方向に成長し、Y軸方向において、第一の電極 1003 と第二の電極 1004 の交差部分全体に分極反転領域が形成されることで広範囲の周期  $2\mu$  m の分極反転領域が形成される。

 $[0\ 0\ 6\ 0\ ]$ 

本実施の形態では、二本ずつ交差する電極形状にすることで、電極指先端の電界集中を 実施の形態2に比べ、良好な状態にし、交差電極下への分極反転を形成することができた 。本実施の形態のように周期2μm以下の周期構造を実現する際、周期電極間の幅が狭く なるため、各電極指先端に電界の集中を緩和することになる。そのため、電極指を複数本 ごとの交差形状(ここでは2本毎の交差形成)にすることで2μm以下の短周期分極反転 形成においても均一かつ広範囲の形成を実現することができた。

 $[0\ 0\ 6\ 1]$ 

なお、交差形状は2本毎の交差に限らず、3、4本、およびそれ以上の電極指の本数になっても構わない。電極指の連続する本数が多いほど対面する電極との空間が大きくなるため、電極指先端に電界が集中しやすく、深さ方向、および電極指方向の分極反転領域の拡大が容易となる。

【産業上の利用可能性】

 $[0\ 0\ 6\ 2]$ 

本発明にかかる光学素子は、分極反転領域の安定な形成保持を実現し、高温昇温等の信頼性試験に耐える高い信頼性を有する分極反転領域を備えた光学素子を実現することができる、という効果を有し、光情報処理や光応用計測制御分野に使用されるコヒーレント光源を応用した光波長変換素子、偏光素子、光スイッチ、位相変調器、等に応用される分極反転領域を有する光学素子として有用である。

【図面の簡単な説明】

 $[0\ 0\ 6\ 3]$ 

- 【図1】本発明の光学素子の断面図
- 【図2】本発明の光学素子の斜視図
- 【図3】実施の形態2の分極反転領域の形成方法を示す図で、(a)上面図(b)側面図
  - 【図4】実施の形態2の分極反転領域の形成方法を示す断面図
- 【図5】実施の形態2の分極反転領域の形成方法において、(a)電位差が異なる場合の電界分布図(b)L<sub>1</sub>大の時の電界分布図(c)L<sub>1</sub>小の時の電界分布図
- 【図6】実施の形態2の分極反転領域の形成方法において、(a) 溝が無い場合の電界分布図(b) 溝がある場合の電界分布図
- 【図7】実施の形態2の分極反転領域の形成方法において、電界の変化を利用して電極間に異なる電位差を発生させる構成図
- 【図8】実施の形態2の分極反転領域の形成方法において、(a)負電圧印加の構成図(b)正負電圧印加の構成図
- 【図9】実施の形態2における絶縁溶液の温度と、分極反転領域の長さLrを示す図
- 【図10】実施の形態3の分極反転領域の形成方法を示す図で、(a)上面図(b)側面図

# 【符号の説明】

 $[0\ 0\ 6\ 4]$ 

- 100,301,401,500,1001 MgO:LiNbO3基板
- 101,200,405,504 分極反転部
- 102,402 溝
- 302,1002 主面

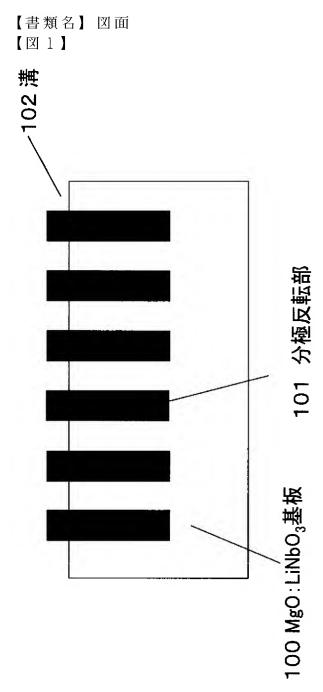
```
3 0 3 , 1 0 0 3
               第一の電極
3 0 4 , 1 0 0 4 第二の電極
3 0 5 , 1 0 0 5 第一の電極の先端部
3 0 6 , 1 0 0 6
               第二の電極の先端部
307,1007 第三の電極
308,404,703,1008 パルスジェネレータ
4 0 0 T a 膜
4 0 3 S i O <sub>2</sub> 膜
501,700,800
                    電極 1
502,701,801
                    電極 2
503,702,802
                    電極 3
V<sub>1</sub>, V<sub>2</sub>, V<sub>3</sub> 電位
   -
X方向の電界成分
Ех
Ez Z方向の電界成分
Рs
     自発分極
E 電界
L 1
    電極1と電極2の間の距離
```

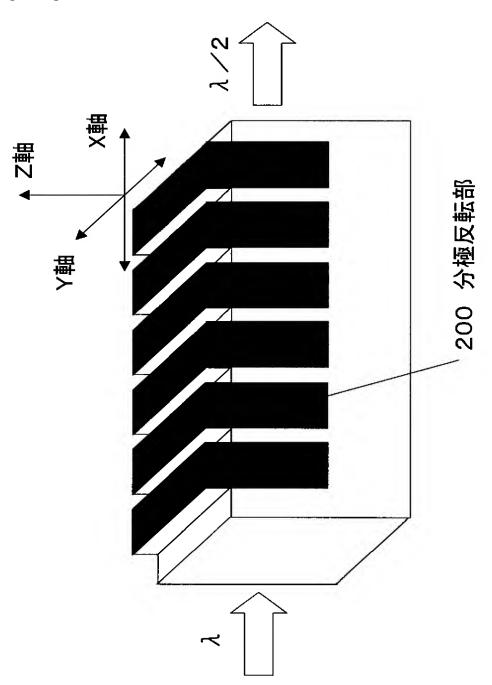
Lr

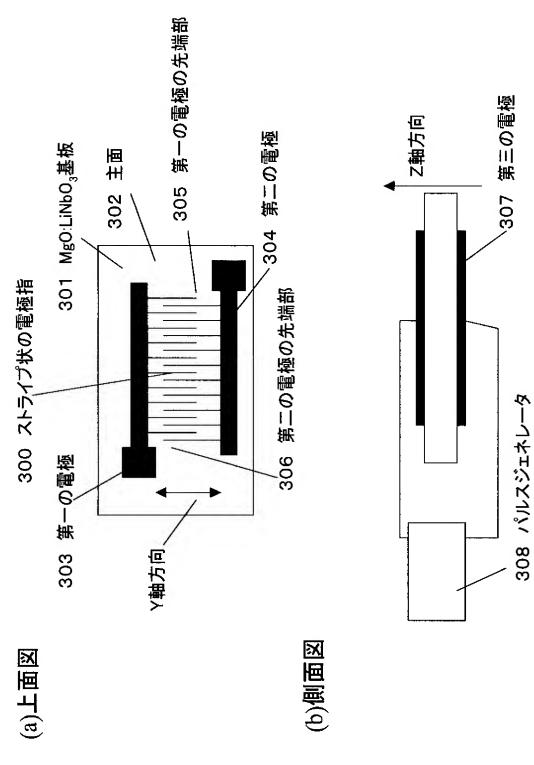
T

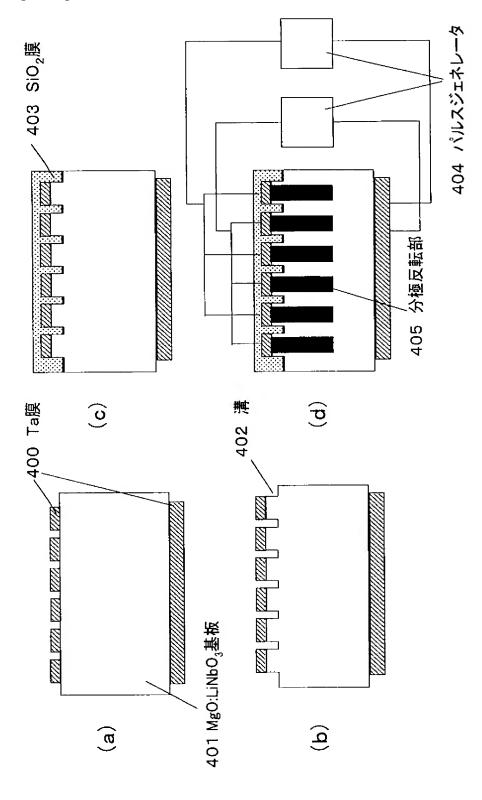
分極反転領域の長さ

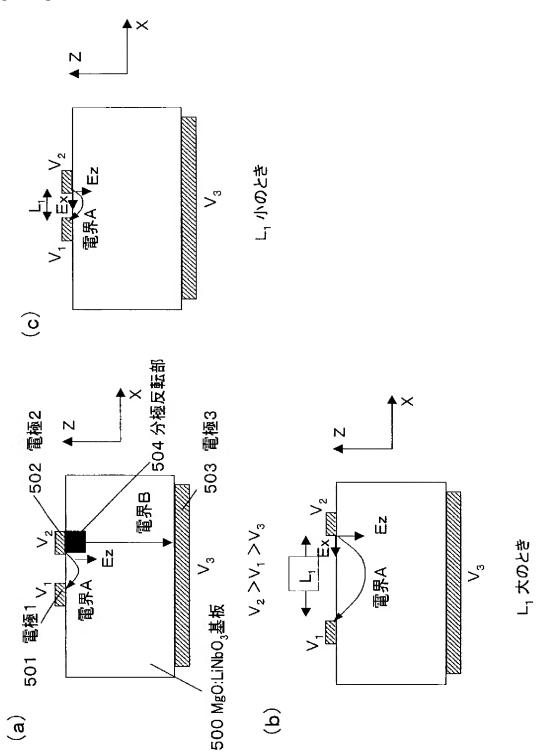
基板温度

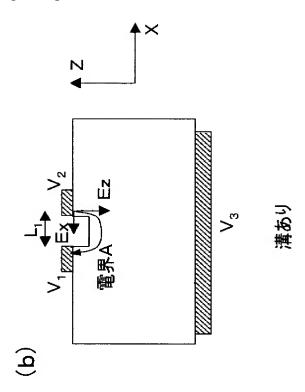


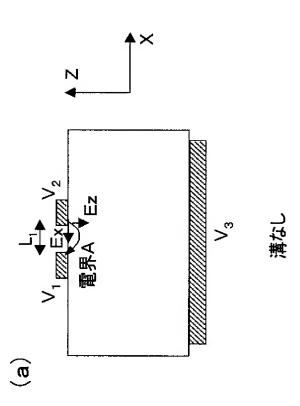


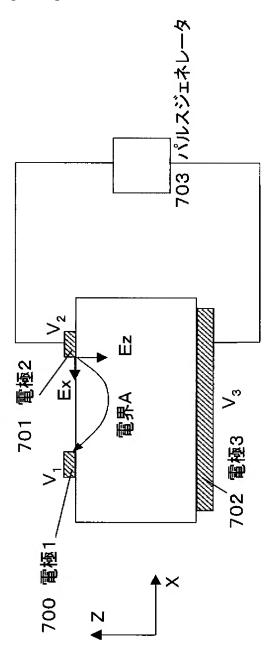


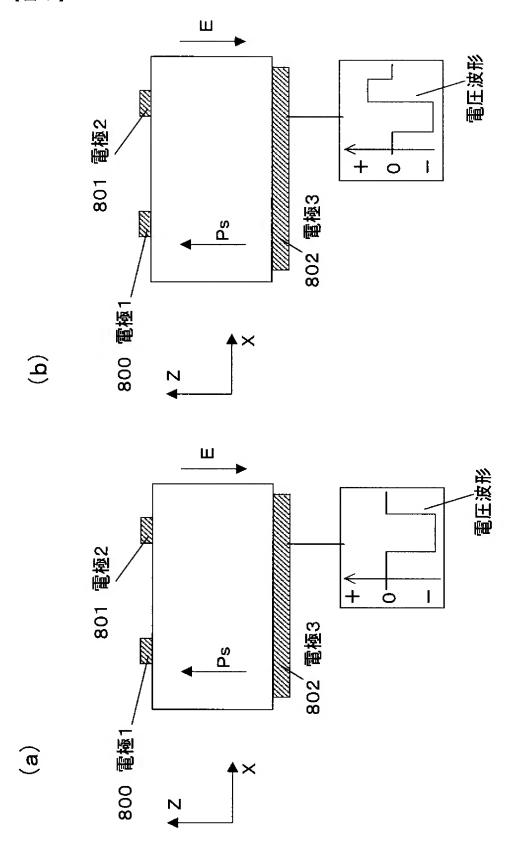


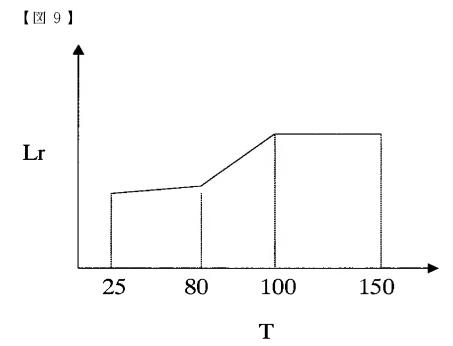


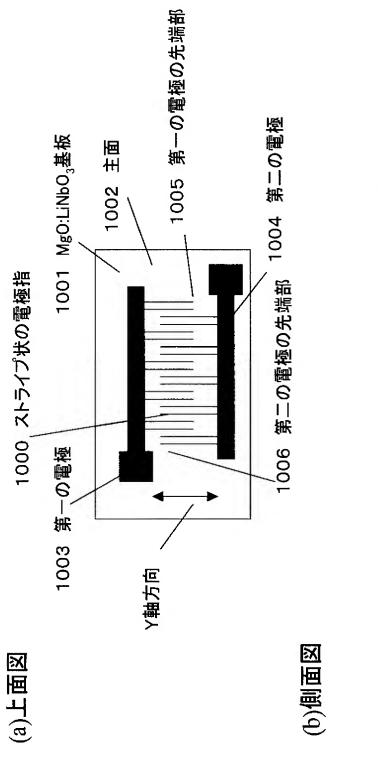


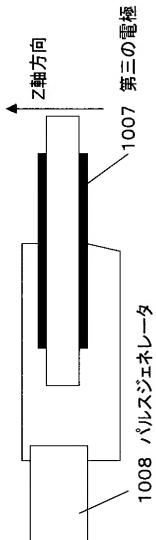












【書類名】要約書

【要約】

【課題】強誘電体結晶において、均一かつ広範囲な微細分極反転構造を有する安定な光学素子を提供する。

【解決手段】MgO:LiNbO3基板100の内部に複数の分極反転領域と、分極反転領域間の基板表面に形成された溝を有し、分極反転領域のほぼ全体の深さT´が基板厚みTに対し、T´<Tの関係を満たすことで、均一かつ広範囲な微細分極反転構造を有する安定な光学素子が実現し、高効率な光波長変換素子等の光学分野への応用展開が可能となる。

【選択図】図1

0000828 新規登録

大阪府門真市大字門真 1 0 0 6 番地 松下電器産業株式会社